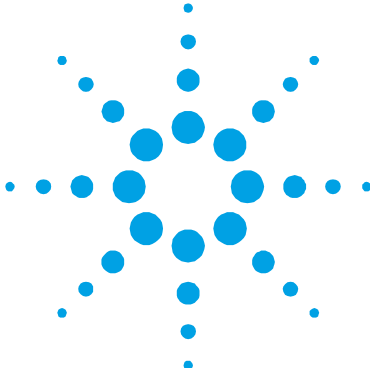


Agilent 5500シリーズ FTIR

操作マニュアル

Agilent Technologies

ご注意

© Agilent Technologies, Inc. 2008–2012

米国および国際著作権法の規定に基づき、Agilent Technologies, Inc. による事前の同意と書面による許可なしに、本書の内容をいかなる手段でも（電子的記憶および読み出し、他言語への翻訳を含む）複製することはできません。

マニュアル・パーツ番号

0020-401

版

第4版、2012年3月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.

正誤表

注意事項：本書でA2 Technologiesという名称が使用されています。A2 Technologiesは、現在、Agilent Technologiesに統合されています。詳細は、Webサイト www.agilent.comをご覧ください。

保証

本書に記載した説明は「現状のまま」で提供されており、改訂版では断りなく変更される場合があります。また、アジレント・テクノロジー株式会社（以下「アジレント」という）は、法律の許す限りにおいて、本書およびここに記載されているすべての情報に関して、特定用途への適合性や市場商品力の黙示的保証に限らず、一切の明示的保証も黙示的保証もいたしません。アジレントは本書または本書に記載された情報の適用、実行、使用に関連して生じるエラー、間接的及び付随的損害について責任を負いません。アジレントとユーザが別途に締結した書面による契約の中で本書の情報に適用される保証条件が、これらの条件と矛盾する場合、別途契約の保証条件が優先されます。

テクノロジー・ライセンス

本書に記載されたハードウエア及びソフトウエア製品は、ライセンス契約条件に基づき提供されるものであり、そのライセンス契約条件の範囲でのみ使用し、または複製することができます。

権利の制限について

本ソフトウェアが米国政府の主契約者または下請契約者によって使用される場合、本ソフトウェアは、DFAR 252.227-7014（1995年6月）に定められた“Commercial computer software”、またはFAR 2.101(a)に定められた“commercial item”として、またはFAR 52.227-19（1987年6月）またはそれに相当する政府機関の規制または契約条項に定められた“Restricted computer software”として提供され、ライセンスされます。本ソフトウェアの使用、複製、または公開は、Agilent Technologiesの標準商用ライセンス条件に従う必要があり、米国政府の国防総省以外の機関に与えられる権利は、FAR 52.227-19(c)(1-2)（1987年6月）に定められたRestricted Rightsを超えることはありません。あらゆる技術データに関して米国政府のユーザに与えられる権利は、FAR 52.227-14（1987年6月）またはDFAR 252.227-7015 (b)(2)（1995年11月）に定められたLimited Rightsを超えることはありません。

安全に関する注意事項

注意

注意の表示は危険を表します。ここに示す操作手順や規則などを正しく実行または遵守しないと、製品の損傷または重要なデータの損失を招くおそれがあります。指定された条件を完全に理解し、それが満たされていることを確認するまで、**注意**の指示より先に進まないでください。

警告

警告の表示は危険を表します。ここに示す操作手順や規則などを正しく実行または遵守しないと、怪我または死亡のおそれがあります。指定された条件を完全に理解し、それが満たされていることを確認するまで、警告の指示より先に進まないでください。

目次

1. はじめに 5

2. 測定前の準備 9

開梱 9

Agilent 5500t FTIR の梱包リスト 10

Agilent 5500a FTIR の梱包リスト 10

電源の接続 11

電源コードの選択 13

コンピュータの接続 14

測定器の電源オン 15

電源スイッチの LED 15

ソフトウェアの起動 16

MicroLab PC に初めてログオンする 16

パフォーマンスのバリデーション 17

診断値 18

パフォーマンスバリデーション 20

3. サンプルの分析 23

Agilent 5500t FTIR による潤滑油サンプルの分析 23

TumbIIR アクセサリをクリーニングする 25

バックグランド・スペクトルを測定する 26

サンプルを測定する 26

Agilent 5500a FTIR と TumbIIR 28

アクセサリをクリーニングする 29
バックグランド・スペクトルを測定する 30
液体サンプルを測定する 31

Agilent 5500a FTIR と ATR 33
アクセサリをクリーニングする 36
バックグランド・スペクトルを測定する 36
サンプル・スペクトルを測定する 37
9 回反射 ATR フローセル・アタッチメント 39

Agilent 5500a FTIR とガス・セル 44
初期設定 44

4. スペア・パーツ 49

5. 仕様 51

EMC 52

1. はじめに

Agilent 5500シリーズFTIRは、小型の中赤外分光光度計プラットフォームです。従来の大型のFTIR分光光度計の機能を簡単に、保守要件なく、コストをかけずに利用できるよう設計されています。寸法はわずか20.3×20.3×11.4 cmで、非常に軽量（3.6 kg）です。ハードウェア・プラットフォームはほぼ同じですが、Agilent 5500t FTIRシステムはオンサイトのオイル分析用、Agilent 5500a FTIRシステムはより複雑なマルチユーザ環境用として設計されています。どちらのプラットフォームも、従来の分析化学実験室、一時的な野外実験室、あるいは野外での使用に柔軟に対応できます。ただし、主に屋内使用を目的としているため耐水性はなく、厳しい屋外条件には対応していません。

警告

火災の危険

5500シリーズFTIRシステムは、本質的に安全ではありません。システムは、可燃性材料に対してテスト済みの大気でのみ使用してください。機器を本書の指示通りに使用しないと、機器の安全機能が損なわれる可能性があります。

5500シリーズFTIRシステムにはフーリエ変換赤外（FTIR）分光法と呼ばれる技術が使用されています。FTIR分光法は、分子化合物の特定と定量化の最新手法です。FTIRでは赤外（IR）光源を使用し、サンプルを通過して検出器に届いた光から、サンプルによって吸収された光の量を正確に測定します。この吸光度によって得られるスペクトルの一意の特徴を利用して、サンプルの分子構造を特定し、混合物内の特定の化合物の正確な量を決定します。

Agilent FTIR分光光度計システムの中心をなすのが、オンサイトおよびモバイル使用で実証済みの、独自のマイケルソン干渉計です。FTIR技術の小型化、軽量化、堅牢化、携帯性は、この独自設計によって実現しました。

5500シリーズFTIRは、Microsoft® Windows® XPオペレーティング・システムを実行している外部コンピュータによって制御されます。コンピュータには、Pentium® IV 3 GHz以上のプロセッサ、1 GBのメモリ、40 GB以上のハードディスク空き容量が必要です。ラップトップ・コンピュータはオプションとして用意されており、自分で用意することもAgilentから購入することもできます。

5500a FTIRシステムはさまざまなサンプリング構成で使用できるため、液体、粉末、気体、ペースト、ゲルの分析に幅広く対応できます。5500a FTIRシステムの各構成は、以下の使用に適しています。

- **Agilent 5500a FTIRガス・セル・システム**：周囲条件下でのガス・サンプルの化学分析に使用します。
- **Agilent 5500a FTIR TumblIRシステム**：周囲条件下での液体の迅速な化学分析に使用します。
- **Agilent 5500a FTIR ATRシステム**：液体、粉末、ペースト、ゲルの化学分析に使用します。減衰全反射（ATR）システムには、1回反射バージョン（最も一般的）、3回反射バージョン、9回反射バージョンがあります。9回反射バージョンでは、オプションでフローセルを構成できます。

5500t FTIRシステムは、TumblIR液体セル・アクセサリを使用する、オンサイト・オイル分析用の測定器です。このシステムは、ディーゼル発電機、風力発電所、沖合用途、海洋用途のオイル分析に最適なツールです。

どちらのシステムにもわかりやすいソフトウェア・ユーザ・インタフェースが装備されているため、特別の技術トレーニングが不要です。ボタンにタッチするだけで、材料に存在する化学物質の正体と量に関する重要な情報が自動的に表示されます。

空白ページ

2. 測定前の準備

開梱 9
電源の接続 11
コンピュータの接続 14
測定器の電源オン 15
ソフトウェアの起動 16
パフォーマンスのバリデーション 17

開梱

分光光度計システムを開梱するには：

1 Agilent 5500シリーズFTIRの受領後に、輸送用カートンをすぐに開けないでください。梱包を室温環境に置いて、カートンの内容物が室温に達するまで数時間待ちます。これにより、初期セットアップおよびインストール処理前にコンポーネントで不要な結露が発生するのを防止できます。

2 輸送用カートンには、下のリストに示すアイテムが含まれています。カートン内を詳しく調べて、中にアイテムが残っていないことを確認してください。また、下の梱包リストに示したアイテムのいずれにも損傷がなく、すべて良好に作動できる状態にあることも確認します。カートン内のアイテムが不足している場合や破損している場合は、Agilentに直ちにご連絡ください。

注記 今後のシステムの保管、輸送、運搬に備えて、元の梱包材料はすべて保管しておいてください。

3 5500シリーズFTIRシステムを輸送用ケースから取り出し、平らで安定した面に置きます。測定器を高温の面や電磁波干渉源に近づけないでください。

Agilent 5500t FTIRの梱包リスト

- Agilent 5500t FTIR mid-IR分光光度計システム1台、TumblIRサンプリング・アクセサリ付属
- Agilent 5500シリーズFTIR 操作マニュアル1冊
- Agilent MicroLabソフトウェア 操作マニュアル1冊
- 電源コード1本
- USBケーブル1本
- インストール・ディスク1枚（バックアップ・コピーとしてのみ必要）
- 輸送用カートン1個

オプション

分光光度計システムには上記のアイテムが標準装備されていますが、以下のようなさまざまなオプションも利用できます。

- Dellラップトップ・コンピュータ
- 界面活性剤キット
- 追加コード

Agilent 5500a FTIRの梱包リスト

- Agilent 5500a FTIR mid-IR分光光度計システム1台、適切なサンプリング・アクセサリ付属
- Agilent 5500シリーズFTIR 操作マニュアル1冊
- Agilent MicroLabソフトウェア 操作マニュアル1冊
- 電源コード1本
- USBケーブル1本
- インストール・ディスク1枚（バックアップ使用のみ）
- 輸送用カートン1個

オプション

分光光度計システムには上記のアイテムが標準装備されていますが、以下のようなさまざまなオプションも利用できます。

- Dellラップトップ・コンピュータ
- シングル・バウンスATR（サンプル・プレス付属）
- 3または9反射ATR
- ガス・セル・オプション（15および50 mmバージョン）
- 追加コード

5500a FTIRシステムを別のアクセサリに変更するには、Agilentに連絡してください。

電源の接続

電源を分光光度計システムに接続するには：

1 付属の電源コードを5500シリーズFTIRシステムの裏面左下にある電源コネクタに挿入します（図1を参照）。

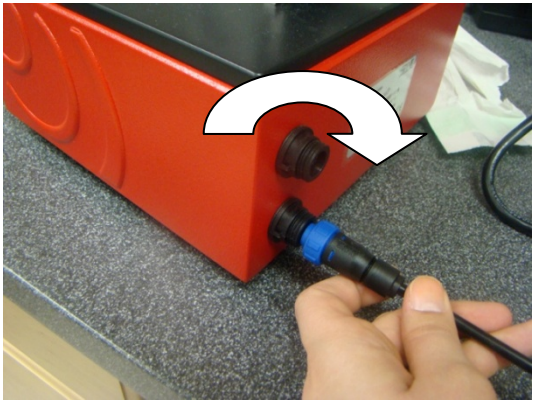


図1：電源コードの接続

2 青色のキャップを時計回りに手で締めて電源コネクタに取り付けます。締めすぎるとプラスティック・コネクタが破損するので注意してください。

3 システムに適切な電源ケーブルが付属しています。電源ケーブルの反対側をAC電源コンセントに接続します。

注意 電源オン時の損傷や問題を防ぐために、最初に電源コードを分光光度計システムに接続してから、電源コンセントに接続してください。

注意 電力サージまたは電源の故障によるシステムの損傷を防ぐために、電源コンセントとシステムの電源コードの間にUL認証の電力サージ保護ストリップを必ず使用してください。

注意 すべてのコードを通路から遠ざけてください。電源コードの接続に過度の歪みが生じると、機器やアダプタがダメージを受け続ける可能性があります。

電源コードの選択

次の電源コードを使用できます。

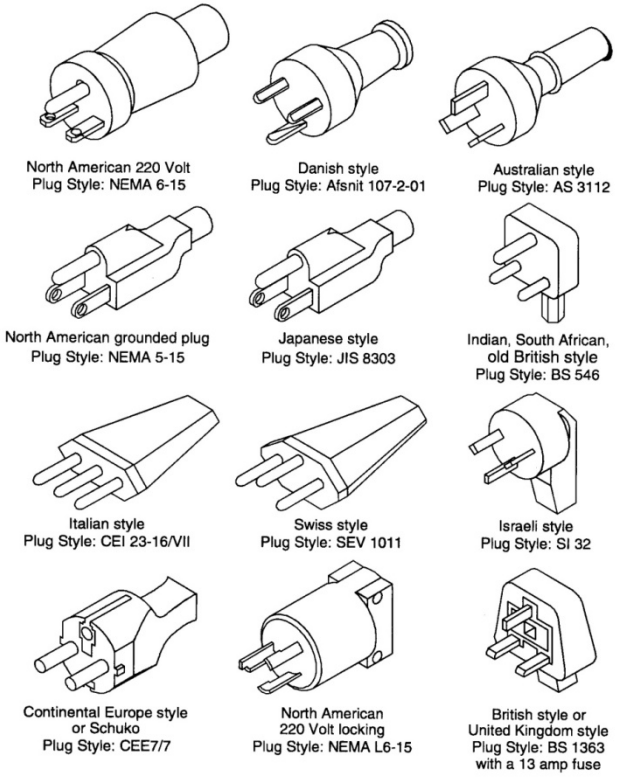


図2：最適な電源コード

コンピュータの接続

測定器をコンピュータに接続するには：

1 付属のUSBケーブルを5500シリーズFTIRシステムの裏面左上にあるUSBコネクタに挿入します（図3を参照）。

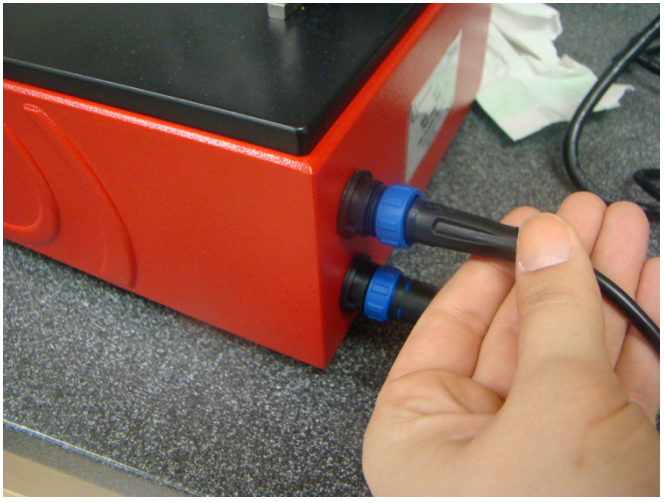


図3：USBケーブルの接続

2 青色のキャップを時計回りに手で締めてUSBコネクタに取り付けます。締めすぎるとプラスティック・コネクタが破損するので注意してください。

3 USBケーブルの反対側の端を、MicroLab PCソフトウェアを実行するコンピュータに接続します。

注記 5500t FTIRは、USBハブやアダプタを使用せずに、コンピュータのUSBスロットに直接接続する必要があります。

測定器の電源オン

5500シリーズFTIRシステムの正面にある緑色の電源ボタンを2秒間押し続けます。システムがアクティブになると、LEDランプが緑に点灯します。

5500シリーズFTIRシステムをオフにするには、電源ボタンを押します。ランプが赤になります。ファームウェア・アップデート中、ランプが赤で点滅します。

注意 電源ボタンは、不注意による電源オフを防ぐためにモメンタリ・スイッチとなっています。システムをオンまたはオフにするには、ボタンを2秒間押し続けてください。

電源スイッチのLED

電源ボタンには2色のLEDが内蔵されています。LEDに示される色によって、システムの状態がわかります。表1に、LEDの色と測定器の状態を示します。

表1：電源スイッチのLEDの状態

状態	LEDの色	動作（%デューティ・サイクル）
システム・オフ	LEDの点灯なし	ー
システム・オフ	赤	100 %
システムの起動	赤／緑	緑0.5 sオン／赤0.5 sオン
システム・オン	緑	100 %
ロー・バッテリ	緑	50 %（0.5 sオン/0.5 sオフ）
バッテリが残りわずか	赤	50 %（0.5 sオン/0.5 sオフ）
バッテリ切れ	LEDの点灯なし	ー
ファームウェア・アップデート	赤／緑	緑が2回短く点滅した後、赤が2回短く点滅

ソフトウェアの起動

ソフトウェアを起動するには：

1 システムがアクティブであることを確認し、［**MicroLab PC**］アイコンをダブルクリックします。

2 分析を開始する前に、システムを5分間ウォームアップする必要があります。

MicroLab PCに初めてログオンする

5500シリーズFTIRシステムにはAgilent MicroLab PCソフトウェアが付属しています。ソフトウェアは、外部ラップトップ・コンピュータにすでにインストールされています。

また、システムの［スタート］メニューにMicroLab PCソフトウェアへのショートカットがあります。

分光光度計システムに初めて電源を入れると、バージョン、著作権、商標情報を示したMicroLab PCソフトウェア・アプリケーションのスプラッシュ画面が現れます。ソフトウェアが起動し、ログオン画面が表示されます。

ログオン画面が表示されたときのユーザ名は「Admin」です。システムに初めてログオンする際には、ソフトウェアが自動的に管理者モードで起動します。MicroLab PCソフトウェアへの最初のログインのデフォルト・パスワードは「Admin」です。

注記 ユーザ名とパスワードは、大文字と小文字を区別する必要があります。

ソフトウェアの初期ログオンとユーザ管理の詳細な手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

システムへのユーザの追加などの初期ソフトウェア・セットアップ手順、およびMicroLab PCソフトウェアを使用したメソッドの編集とデータの確認に関する追加の手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

パフォーマンスのバリデーション

5500シリーズFTIR分光光度計システムは、工場で徹底的にテストされているため、アライメント・ステップは不要です。ただし、測定器が正しく動作していることを確認するために、最初にパフォーマンス・テストを実行することをお勧めします。パフォーマンス・テストの実行と解釈については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。パフォーマンス・テストでは、測定器のエネルギー・レベルを（インターフェログラムの電圧または高さに基づいて）測定します。テストに成功すると、ソフトウェア画面の上部に緑の円が表示されます。すぐにサンプルの分析を開始できます。黄色または赤の円は、測定器が工場定義パラメータの範囲外で動作していることを示します。これらのパラメータは、ソフトウェアの［高度な機能］ページにリストされます。

注記 ソフトウェア画面の上部の円が黄色または赤の場合は、Agilent テクニカル・サポートに連絡してサポートを受けてください。

他の測定デバイスと同様、5500シリーズFTIR測定器を使用して重要な測定を実行する前に、システムが正しく動作していることを確認することが重要です。測定器にはシステムのパフォーマンスを示す手段として、診断値とパフォーマンスバリデーションテストがあります。診断値によって、測定器の機能を一目で簡単に評価できます。測定器が正しく機能していないと、いずれかの診断値が仕様の範囲外になります。通常、診断値が仕様から外れると、測定器によるデータ測定は行われません。パフォーマンスバリデーションテストは、測定器の動作のレベルを測定する、時間をかけた、より詳しいテストです。［パフォーマンスのバリデーション］の下にリストされたテストで、測定器の感度（パフォーマンス）、安定度、周波数精度（レーザー・キャリブレーション）をチェックします。

測定器のバリデーションに対する要件は、業界によって異なります。一般に、診断値は1日1回、または週に1回チェックします。診断値が仕様から大幅に外れると測定器はデータを収集しなくなりますが、測定器が正しく動作していることを確認することをお勧めします。パフォーマンスバリデーションは、3ヶ月に1回または半年に1回実行します。規制の厳しい業界では、測定器の使用状況に応じて、月1回のパフォーマンスバリデーションが必要になる場合があります。パフォーマンスバリデーションでは、測定器が良好なデータを測定する能力の重要な側面を確認します。パフォーマンスバリデーションテストが仕様の範囲内にあれば、5500シリーズFTIR分光光度計用に開発されたメソッドに適したデータが得られます。ただし、他の測定器を使用する場合と同様、結果をバリデーションするには、既知のサンプルをサンプル固有のメソッドを使って分析します。

診断値

MicroLab PCソフトウェアの［診断］ページでも次の値を表示できます。これらの値を使用して、測定器が正しく動作しているかどうかを判断できます。値を1日1回使用すると、測定器が目的通りに動作していることを判断できます。いずれの場合も、最適値は、システムが目的のパフォーマンス・レベルで動作していることを示します。限界値は、測定器が機能しているものの、パフォーマンス・レベルが下がっていることを示します。クリティカル値は、システムが正しく動作していないことを示します。測定器に問題がある場合は、Agilentテクニカル・サポートに連絡してサポートを受けてください。

表2：診断値

値	最適（緑）	限界（黄色）	クリティカル（赤）	コメント
エネルギー（センターバースト）	29,000–21,000	＞29,000または＜21,000	＞31,000または＜18,000	システムの全体のアライメント、およびゲイン調整が適切かどうかがわかります。
バッテリ寿命	ACまたは＞30分	30～5分	＜5分	
光源	1.9 A	＞2.2または＜1.6	＞2.5または＜1.0	光源制御電圧に問題があるかどうか、または光源が燃え尽きたことがわかります。電圧と電流が表示されていますが、電流によって十分な診断が行えます。
レーザー信号	12,000–4,000	＞12,000または＜4,000	＞15,000または＜3,000	反射キャップが定位置にない場合でも、全体のアライメント誤差を確認できます。
検出器温度	35–44	<35または＞44	<30または＞48	冷却回路に問題があるかどうか、または周囲温度が指定範囲を超えているかどうかがわかります。
CPU温度	10–75	>75	>80	周囲温度が指定範囲を超えているかどうかがわかります。

パフォーマンスバリデーション

MicroLab PCソフトウェアには、測定器のパフォーマンスバリデーションに適した3つのテストがあります。これらのテストはすべて、MicroLab PCソフトウェアの［高度な機能］、［システム チェック］ページからアクセスできます。テストを実行する前に、5500シリーズFTIRシステムを30分以上ウォームアップする必要があります。これらのテストを年に4回、2回、または1回実行して、測定器が仕様の範囲内で動作していることを確認できます。

パフォーマンス（S/N）テスト

このテストでは、S/NレベルをIRスペクトルの2つの範囲、2500 cm^{-1}と1000 cm^{-1}で測定します。S/Nは、ブランクのバックグランドを使って測定されたブランク・サンプルの、定義範囲内の実効値（RMS）ノイズの逆数として定義されます。バックグランドとサンプルが、1分間の測定時間に4 cm^{-1}の分解能で測定されます。このテスト1回の所要時間は2分です。実行するテストの回数を指定できます。45度の外部反射測定とグレージング・アングル反射測定の場合、テストのあいだ、適切な反射リファレンス・キャップを定位置に取り付ける必要があります。ATRサンプル・インタフェースを使用する場合、リファレンス・キャップは不要です。パフォーマンスの正確な全体像を得るには、10回以上テストを実行する必要があります。

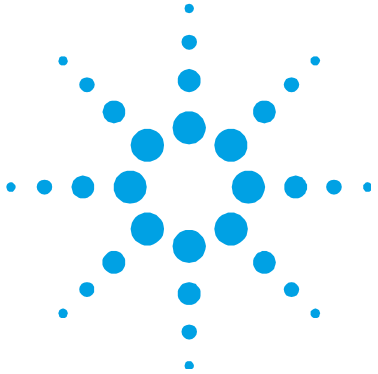
安定度テスト

このテストでは、短期安定度をスペクトルの2つの範囲、3000 cm^{-1}と1000 cm^{-1}で測定します。安定度は、選択した時間に観察されるベースライン差の測定値です。テストでは、最初にバックグランドを測定し、次にソフトウェアの［分］フィールドで指定したテスト持続時間のあいだ、毎分1個のサンプルを測定します。テスト結果は、安定度テスト中の最大偏差の%透過率（100 %に対する差）として表されます。

レーザー周波数キャリブレーション・テスト

レーザー周波数キャリブレーション・テストでは、周波数（X軸）確度を測定します。テストを実行するには、ポリスチレンフィルムのスペクトルを測定します。このスペクトルの吸収周波数を、NIST SRM 1921ポリスチレンフィルムによって設定された周波数と比較します。管理者レベルのユーザであれば、テスト結果を使用してソフトウェアでレーザー・キャリブレーションを設定できます。レーザー・キャリブレーションを設定する前に、必ずAgilentテクニカル・サポートのエンジニアにご相談ください。このテストでは、最初にバックグランドを測定します。バックグランド測定後、ソフトウェアの指示に従ってポリスチレンフィルムのスペクトルを測定します。45度の外部反射インタフェースとグレージング・アングル反射インタフェースを使用する場合、ポリスチレン・サンプルをリファレンス・キャップとサンプル・インタフェースの間に置く必要があります。ATRサンプル・インタフェースの場合、バックグランドにはリファレンス・キャップが不要ですが、サンプル測定のあいだ、ポリスチレン・テスト・サンプルをダイヤモンド・サンプル・インタフェースにしっかりと押し付ける必要があります。

空白ページ



3. サンプルの分析

Agilent 5500t FTIRによる潤滑油サンプルの分析 23
Agilent 5500a FTIRとTumblIR 28
Agilent 5500a FTIRとATR 33
Agilent 5500a FTIRとガス・セル 44

Agilent 5500t FTIRによる潤滑油サンプルの分析

Agilent 5500t FTIR測定器には、TumblIRという専用のオイルおよび潤滑油サンプリング・インタフェースが付属しています。TumblIRは、潤滑油サンプルの分析を最適化するためにAgilentが独自に設計して製造している、液体透過サンプリング・アクセサリです。TumblIRを使用すると、従来の一般的な分析ラボ用の液体セルと比較して、サンプルの準備、ロード、分析、クリーニングの時間を短縮できます。

TumblIRは、サンプルのロード／クリーニングとサンプル分析の2つのモードで動作します。

サンプルのロード／クリーニング・モードでは、アクセサリ・ウィンドウが上を向くようにTumblIRが回転します（図4を参照）。この位置にあると、サンプル・マウント領域に簡単にアクセスできるため、サンプルのロードや、次のサンプルを分析する前のサンプリング表面のクリーニングが容易です。

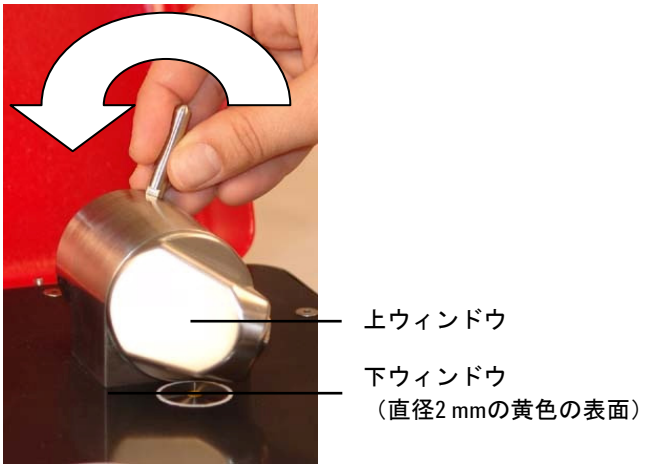


図4：アクセサリ・ウィンドウが上を向いた状態のTumbIIR

サンプル分析モードでは、TumblIRは、アクセサリ光学ウィンドウが下の5500t FTIRサンプル・マウント領域を向くように回転します。この位置では、赤外（IR）エネルギーがサンプルを通過し、測定が可能になります。TumblIRアームが戻り止めに達し、定位置にはまるまで、TumblIRアームを完全に回してください。この戻り止めによってサンプル測定中にアクセサリが固定されます（図5を参照）。

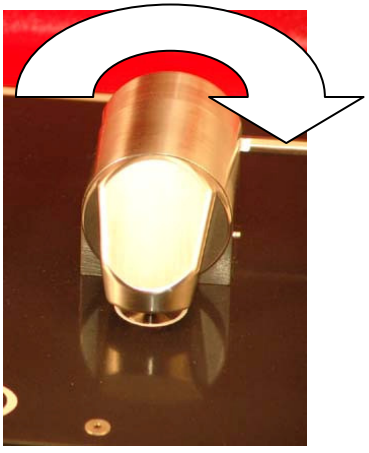


図5：アクセサリ・ウィンドウが下を向いた状態のTumbIIR

サンプル分析モードの場合、TumblIRの光路長は100マイクロメートルです。これは潤滑油サンプルのmid-IR分析には最適な光路長です。アクセサリのアライメントは工場であらかじめ設定されているため、調整は不要です。

5500t FTIRを使って潤滑油サンプルを分析する手順は以下のとおりです。

1 サンプル・ウィンドウをクリーニングします。

2 バックグランド・スペクトルを測定します。

3 サンプル・スペクトルを測定します。

TumblIRアクセサリをクリーニングする

TumblIRアクセサリをクリーニングするには：

1 光学センサーが上を指すまでTumblIRを回転します。

2 最初に上ウィンドウをクリーニングし、次に下マウント・ウィンドウをクリーニングします（図4を参照）。

注記 光学センサーとサンプリング領域のクリーニングには、綿棒や適切な代用品など、柔らかい綿布のみを使用してください。

注意 ウィンドウは、セレン化亜鉛（ZnSe）と呼ばれるIR透過材料で作られています。ZnSeは、比較的耐久性のある材料ですが、クリーニング中に大きな圧力をかけたり、キムワイプなどの研磨材料を使用すると、簡単に傷が付いたり、損傷する可能性があります。クリーニングには、アセトンに浸した綿棒などの用具をお勧めします。

注意 ZnSeは、4～9のpH範囲の材料に対して比較的に化学的耐性がありますが、強酸または強塩基性材料によってZnSeが痛む可能性があります。この推奨pH範囲を外れた材料がZnSeウィンドウに接触しないようにしてください。

注意 分光光度計のシールを破って、内部の表面をクリーニングしようとしないでください。シールを破ると、保証が無効となります。

バックグランド・スペクトルを測定する

測定の確度を高めるには、サンプルの分析前にバックグランド・スペクトルを測定するように、ソフトウェアでシステムを構成することをお勧めします。これにより、測定器にサンプルがロードされていない状態での、システム条件のベースライン・プロファイルが得られます。各サンプル測定の前にバックグランドを自動的に測定することにより、測定における変化の悪影響を回避できます。

バックグランドを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

注意 正確なバックグランド・スペクトルを測定するには、ZnSeウィンドウ表面の目視検査で、前のサンプルの測定によってウィンドウに曇りや膜が生じていないか確認します。膜が見られる場合は、ウィンドウの表面から残留物がなくなるまで上記のクリーニング手順を繰り返してください。

サンプルを測定する

潤滑油サンプルをシステムに適用するには：

1. アームを反時計回りに回してサンプリング・デバイス（TumblIR）を開きます（図4を参照）。
2. この時点で下ウィンドウが見えます。TumblIRベース・プレート上にあるサンプル・ウィンドウに少量の物質を置きます。下ウィンドウは、周囲の金属ディスクによって定位置に保持されている、直径2 mmの黄色の材料です。
3. サンプルによって下ウィンドウの表面領域全体が覆われるようにします（図6を参照）。

図6：サンプルをTumblIRの下ウィンドウに適用する

燃料分析の際など、揮発性サンプルを扱う場合、サンプル量を増やしても測定器への漏れや損傷を心配する必要はありませんが、サンプル量が少ないほどクリーニング処理が楽になります。

水溶液やグリースなどの粘度が高いペーストも含め、さまざまな潤滑油サンプルを問題なく分析できますが、TumblIRを硬いグラファイト潤滑油などの固体サンプルに使用しないでください。TumblIRに固体サンプルを使用すると、ZnSeウィンドウが損傷します。

注意

サンプル・マウント・ウィンドウとアクセサリ・ウィンドウはZnSeで作られています。ZnSeは、pHが4未満および9を超えるサンプルによって損傷する可能性があります。pH範囲4～9のサンプルのみを測定してください。

注意

ZnSeウィンドウは、硬いサンプルや研磨サンプルによって、簡単に傷が付くおそれがあります。ウィンドウの表面を傷付けるおそれのあるサンプルは使用しないでください。

注意

システムを開いて内部の表面をクリーニングしようとしないでください。システムを開くと、保証が無効となります。

4 アームを定位置に納まるまで時計回りに回して、デバイスを閉じます（図5を参照）。

5 ソフトウェア画面の［次へ］ボタンをクリックして、分析を続行します。

6 サンプルを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

7 サンプル測定を完了したら、上記の手順を使用して、直ちにアクセサリからサンプルを除去します。サンプル・マウント・ウィンドウとアクセサリ・ウィンドウから前のサンプルの残留物を完全に除去することが重要です。

8 結果の確認とサンプル・データの処理に関するソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

MicroLab PCソフトウェアを使用したメソッドの編集とデータの確認に関するその他の手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

Agilent 5500a FTIRとTumbIIR

Agilent 5500a FTIR測定器に、TumblIRアクセサリと呼ばれる専用サンプリング・インタフェースを使用できます。TumblIRは、さまざまな液体、ペースト、またはゲル・サンプルの分析を最適化するためにAgilentが独自に設計して製造している、液体透過サンプリング・アクセサリです。TumblIRを使用すると、従来の一般的な分析ラボ用の液体セルと比較して、サンプルの準備、ロード、分析、クリーニングの時間を短縮できます。

TumblIRは、サンプルのロード／クリーニングとサンプル分析の2つのモードで動作します。

サンプルのロード／クリーニング・モードでは、アクセサリ・ウィンドウが上を向くようにTumblIRが回転します（図4を参照）。この位置にあると、サンプル・マウント領域に簡単にアクセスできるため、サンプルのロードや、次のサンプルを分析する前のサンプリング表面のクリーニングが容易です。

サンプル分析モードでは、TumblIRは、アクセサリ光学ウィンドウが下の5500a FTIRサンプル・マウント領域を向くように回転します。この位置では、赤外（IR）エネルギーがサンプルを通過し、測定が可能になります。TumblIRアームが戻り止めに達し、定位置にはまるまで、TumblIRアームを完全に回してください。この戻り止めによってサンプル測定中にアクセサリが固定されます（図5を参照）。

サンプル分析モードの場合、TumblIRの光路長は100ミクロンです。これは多くの液体サンプル、ペースト・サンプル、ゲル・サンプルのmid-IR分析には最適な光路長です。アクセサリのアライメントは工場であらかじめ設定されているため、調整は不要です。

5500a FTIRシステムでTumblIRを使ってサンプルを分析する手順は以下のとおりです。

1 サンプル・ウィンドウをクリーニングします。

2 バックグランド・スペクトルを測定します。

3 サンプル・スペクトルを測定します。

アクセサリをクリーニングする

TumblIRアクセサリをクリーニングするには：

1 光学センサーが上を指すまでTumblIRを回転します。

2 最初に上ウィンドウをクリーニングし、次に下ウィンドウをクリーニングします（図4を参照）。

注記 光学センサーとサンプリング領域のクリーニングには、綿棒や適切な代用品など、柔らかい綿布のみを使用してください。

注意 ウィンドウは、セレン化亜鉛（ZnSe）と呼ばれるIR伝送材料で作られています。ZnSeは、比較的耐久性のある材料ですが、クリーニング中に大きな圧力をかけたり、キムワイプなどの研磨材料を使用すると、簡単に傷が付いたり、損傷する可能性があります。クリーニングには、アセトンに浸した綿棒などの用具をお勧めします。

注意 ZnSeは、4～9のpH範囲の材料に対して比較的に化学的耐性がありますが、強酸または強塩基性材料によってZnSeが痛む可能性があります。この推奨pH範囲を外れた材料がZnSeウィンドウに接触しないようにしてください。

注意 分光光度計のシールを破って、内部の表面をクリーニングしようとしないでください。シールを破ると、保証が無効となります。

バックグランド・スペクトルを測定する

測定の確度を高めるには、サンプルの分析前にバックグランド・スペクトルを測定するように、ソフトウェアでシステムを構成することをお勧めします。これにより、測定器にサンプルがロードされていない状態での、システム条件のベースライン・プロファイルが得られます。各サンプル測定の前にバックグランドを自動的に測定することにより、測定における変化の悪影響を回避できます。

バックグランドを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

注意 正確なバックグランド・スペクトルを測定するには、ZnSeウィンドウ表面の目視検査で、前のサンプルの測定によってウィンドウに雲りや膜が生じていないか確認します。膜が見られる場合は、ウィンドウの表面から残留物がなくなるまで上記のクリーニング手順を繰り返してください。

液体サンプルを測定する

液体サンプルをシステムに適用するには：

1. アームを反時計回りに回してサンプリング・デバイス（TumblIR）を開きます（図4を参照）。
2. この時点で下ウィンドウが見えます。TumblIRベース・プレート上にある下ウィンドウに少量の物質を置きます。サンプル・ウィンドウは、周囲の金属ディスクによって定位置に保持されている、直径2 mmの黄色の材料です。
3. サンプルによって下ウィンドウの表面領域全体が覆われるようにします（図6を参照）。

   燃料分析の際など、揮発性サンプルを扱う場合、サンプル量を増やしても測定器への漏れや損傷を心配する必要はありませんが、サンプル量が少ないほどクリーニング処理が楽になります。

   水溶液やグリースなどの粘度が高いペーストも含め、さまざまな液体サンプルを問題なく分析できますが、TumblIRを錠剤などの固体または粉末サンプルに使用しないでください。TumblIRを固体サンプルに使用すると、ZnSeウィンドウが損傷したり、あらかじめ設定された透過光路長が変更されたりします。

注意 上ウィンドウと下ウィンドウはZnSeで作られています。ZnSeは、pHが4未満および9を超えるサンプルによって損傷する可能性があります。pH範囲4～9のサンプルのみを測定してください。

注意 ZnSeウィンドウは、硬いサンプルや研磨サンプルによって、簡単に傷が付くおそれがあります。ウィンドウの表面を傷付けるおそれのあるサンプルは使用しないでください。

注意 分光光度計のシールを破って、内部の表面をクリーニングしようとしないでください。シールを破ると、保証が無効となります。

TumblIRを液体サンプル・タイプに使用する場合は、最適な透過光路長を考慮する必要があります。TumblIRの光路長は、あらかじめ調整されており、100ミクロンで固定されているため、IR吸光度の高い材料など、サンプルのタイプによっては最適な結果が得られない場合があります。

4 アームを定位置に納まるまで時計回りに回して、デバイスを閉じます（図5を参照）。

5 ソフトウェア画面の［次へ］ボタンをクリックして、分析を続行します。

6 サンプルを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

7 サンプル測定を完了したら、上記の手順を使用して、直ちにアクセサリからサンプルを除去します。上ウィンドウと下ウィンドウから前のサンプルの残留物を完全に除去することが重要です。

8 結果の確認とサンプル・データの処理に関するソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

MicroLab PCソフトウェアを使用したメソッドの編集とデータの確認に関するその他の手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

Agilent 5500a FTIRとATR

Agilent 5500a FTIR測定器に、減衰全反射（ATR）アクセサリと呼ばれる専用サンプリング・インタフェースを使用できます。ATRは、屈折率の異なる2つの物質が接触したときの光の物理的特性を利用しています。赤外（IR）光は、異なる屈折率を持つサンプルに衝突するとエバネセント波を発生します。これにより、光は特定の非常に浅い深さだけサンプルに侵入した後、反射して5500a FTIRシステムの検出器に戻ります。この一貫性のある小さい光路長のおかげで、さまざまなサンプルでサンプルの調整なしに良好な測定結果が得られます。ATRアクセサリを使用して良好な結果を得るには、サンプルとサンプリング・デバイスのATR結晶をきちんと接触させることが重要です。ATR技術は、液体サンプル、ペースト・サンプル、粉末サンプル、および一部の固体サンプルの分析に使用できます。

すべてのAgilent ATRアクセサリで、サンプルとIRエネルギー間のインタフェースとしてタイプIIaのダイヤモンド結晶が使用されています。ダイヤモンドは、硬度と化学的抵抗性に優れています。ダイヤモンドはpH範囲1～14のサンプルに対応できるため、硬いサンプルや研磨サンプルだけでなく、強酸も安全に分析できます。AgilentのATRサンプリング・アクセサリには、1回反射DuraDiskシステム、3回反射DuraDiskシステム、9回反射DuraDiskシステムの3つの選択肢があります。すべてのAgilent ATRディスクには、特許取得済みのダイヤモンドとセレン化亜鉛（ZnSe）の複合設計が使用されています。ダイヤモンドは世界で最も耐久性のある物質であり、ZnSeサブスレートを使用することでIR信号が最大化します。

1回反射ATRは、ゴム、ポリマー、塗料、繊維などの吸光度の高いサンプルに最適です。粉末サンプルや固体サンプルも1回反射ATRで測定すると最良の結果が得られます。これは、サンプル・プレス・デバイスによって粉末サンプルや固体サンプルに高い圧力がかかり、ダイヤモンド・サンプリング表面にしっかりと押し付けられるためです。使用可能なサンプル量に制限がある場合にも、1回反射ATRの使用をお勧めします。1回反射ダイヤモンドは、直径1 mmのサンプリング表面（アクティブ領域200 µm）を持ち、1700 cm^{-1}のIRエネルギーに対して約2ミクロンの侵入深さを示します。1回反射ATRは、金属製のマウント・プレートの上にわずかに突き出ています。

3回反射ATRは、IR吸光度特性の低い液体サンプルに最適です。3回反射ATRは、直径2 mmのサンプリング表面（アクティブ領域200 µm）を持ち、1700 cm^{-1}のIRエネルギーに対して約6ミクロンの有効侵入深さを示します。3回反射ATRは金属製のマウント・プレートを使ってフラッシュ・マウントされ、サンプル・プレス・デバイスで動作しません。

9回反射ATRは、IR吸光度特性の最も低い、条件の厳しい液体サンプルに最適です。9回反射ATRは、最大のサンプリング表面（直径6 mm、アクティブ領域2 mm）を持ち、1700 cm^{-1}のIRエネルギーに対して約12ミクロンの有効侵入深さを示します。9回反射ATRはマウント・プレートにわずかに引っ込んでおり、サンプル・プレス・デバイスで動作しません。ただし、オプションのフロー・セル・アタッチメントに対応できるように設計されています。

注意

ダイヤモンドは非常に硬い材料ですが、ATRウィンドウは比較的薄く（0.5 mm以下）、過度に圧力をかけると割れる可能性があります。サンプルが、ダイヤモンド内の1点だけでなく、ダイヤモンドの表面領域全体に接触するようにしてください。鋭いサンプルや尖ったサンプルにはサンプル・プレスを使用しないでください。

サンプルのロード／クリーニング・モードでは、サンプル・プレスの先端がダイヤモンド・ウィンドウのサンプリング表面から十分に離れるように、サンプル・プレスを最高の位置まで上げてください（図7を参照）。この位置にあると、サンプル・マウント領域に簡単にアクセスできるため、サンプルのロードや、次のサンプルを分析する前のサンプリング表面のクリーニングが容易です。

注記

サンプル・プレス・デバイスがあるのは1回反射ATRバージョンだけです。

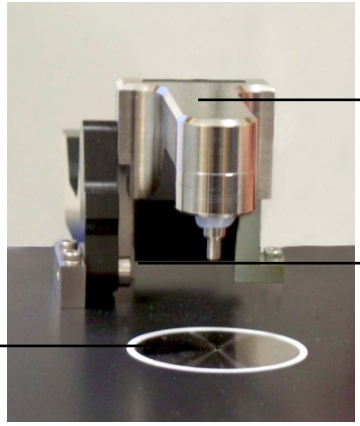


図7：サンプル・プレスを最高の位置まで上げて、サンプルのロードとクリーニングをやりやすくする

サンプル分析モードでは、サンプル・プレスの先端がサンプルと接触する位置までATRサンプル・プレスを下げます。この位置において、サンプルとダイヤモンドATRウィンドウから発生するIRエネルギーの間に接触が生まれます（図8を参照）。

注記

サンプルが液体またはペーストの場合、サンプル・プレスを使用する必要はありません。この場合、すぐに分析を開始できます。液体サンプルまたはペースト・サンプルのみ、3回および9回反射ATRアクセサリと使用してください。

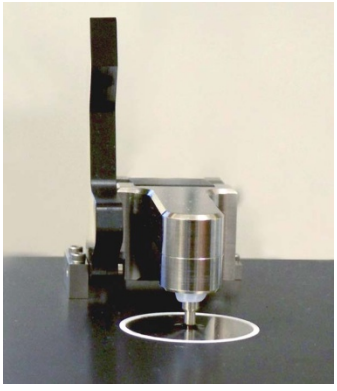


図8：分析用に下げた場合のサンプル・プレス

サンプル分析モードの場合、ATRサンプル光路長はATR内の反射回数に基づいて固定されています。アクセサリのアライメントは工場であらかじめ設定されているため、光学的または機械的な調整は不要です。

5500a FTIRとATRを使ってサンプルを分析する手順は以下のとおりです。

1 ATRサンプル・マウント・ウィンドウをクリーニングします。

2 バックグランド・スペクトルを測定します。

3 サンプル・スペクトルを測定します。

アクセサリをクリーニングする

ATRアクセサリをクリーニングするには:

1 サンプル・プレスの先端が運動距離の一番上に到達するまで、ATRサンプル・プレスのアームを後ろに持ち上げます。

2 最初にサンプル・プレスの先端をクリーニングし、次にサンプル・マウント・ウィンドウをクリーニングします（図7を参照）。

注記 センサーとサンプリング領域のクリーニングには、キムワイプまたは適切な代用品（綿棒など）を使用してください。サンプル・インタフェースとプレスを、アセトン、メタノール、エタノール、イソプロピル・アルコールなどの適切な溶媒を使ってクリーニングしてください。

注意 分光光度計のシールを破って、内部の表面をクリーニングしようとしないでください。シールを破ると、保証が無効となります。

バックグランド・スペクトルを測定する

測定の確度を高めるには、サンプルの分析前にバックグランド・スペクトルを測定するように、ソフトウェアでシステムを構成することをお勧めします。これにより、測定器にサンプルがロードされていない状態での、システム条件のベースライン・プロファイルが得られます。各サンプル測定の前にバックグランドを自動的に測定することにより、測定における変化の悪影響を回避できます。

バックグランドを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

注意

正確なバックグランド・スペクトルを測定するには、ダイヤモンドATRサンプル・マウント表面の目視検査で、前のサンプルの測定によってダイヤモンドに雲りや膜が生じていないか確認します。膜が見られる場合は、ダイヤモンドの表面から残留物がなくなるまで上記のクリーニング手順を繰り返してください。

サンプル・スペクトルを測定する

ATRサンプルをシステムにロードするには：

1 アームを後ろに限界まで移動してサンプル・プレスを開き、サンプル・プレスの先端がダイヤモンドATR表面からわずかに上に来るようにします（図9を参照）。

図9：サンプル・プレスを開く

2 この時点でダイヤモンド・サンプリング・ウィンドウが見えます。測定対象の少量の物質をダイヤモンドATR結晶に置きます。結晶は、周囲の金属ディスクによって定位置に保持されている、透明な円形材料です。

3 サンプルによってダイヤモンド結晶の表面領域全体が覆われるようにします。

揮発性サンプルの場合、サンプル量を増やしても測定器への漏れや損傷を心配する必要はありません。ただし、サンプル量が少ないほどクリーニング処理が楽になります。

注意 サンプル・マウント・ウィンドウとアクセサリ・ウィンドウは、タイプIIaの合成ダイヤモンドから作られており、化学的耐性に非常に優れています。ただし、ダイヤモンドまたは金属マウント・プレートは、極限サンプルによって損傷する可能性があります。pH範囲1～14のサンプルのみを測定してください。非常に酸性の強いサンプルを金属マウント・プレートに長時間放置しないでください。

注意 ダイヤモンドは非常に硬い材料ですが、ATRウィンドウは比較的薄く、過度に圧力をかけると割れる可能性があります。サンプルが、ダイヤモンド内の1点だけでなく、ダイヤモンドの表面領域全体に接触するようにしてください。鋭いサンプルや尖ったサンプルにはサンプル・プレスを使用しないでください。

注意 システムを開いて内部の表面をクリーニングしようとしないでください。システムを開くと、保証が無効となります。

4 サンプルが液体またはペーストの場合、サンプル・プレスを使用する必要はありません。この場合、すぐに分析を開始できます。

注記 液体サンプルまたはペースト・サンプルのみ、3回および9回反射ATRアクセサリと使用してください。

サンプルが粉末または固体の場合、サンプル・プレスをサンプルと接触させる必要があります。接触させるには、サンプル・プレスのアームが戻り止め（スナップイン）位置に届くまで、アームを前方に引っ張ります。バネで留められたサンプル・プレス先端を、サンプルの厚みを0.03インチ（0.762 mm）として、15ポンド（約6.8 kg）の力がかかるように設定します。

5 ソフトウェア画面の［**次へ**］ボタンをクリックして、分析を続行します。

6 サンプルを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

7 サンプル測定を完了したら、上記の手順を使用して、直ちにアクセサリからサンプルを除去します。サンプル・マウント・ウィンドウとサンプル・プレス先端（1回反射の場合のみ）から前のサンプルの残留物を完全に除去することが重要です。

8 結果の確認とサンプル・データの処理に関するソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

MicroLab PCソフトウェアを使用したメソッドの編集とデータの確認に関するその他の手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

9回反射ATRフローセル・アタッチメント

Agilent9回反射ATRアクセサリにはフローセル・アタッチメントが付属しています（図10を参照）。フローセルは、9回反射ATRの操作には不要ですが、特定のアプリケーションに便利です。このアタッチメントの最も一般的な使用法は、揮発性サンプルの測定です。フローセル・アセンブリをLuer Lockキャップと組み合わせて使用すると、サンプルが周囲環境から完全に分離されます。

図10：9回反射ATRフローセル・アタッチメント

さらに、フローセル・アタッチメントを使用すると、蠕動ポンプ（ユーザが用意）などの低圧ポンピング・システムを使用してATR経由で大量のサンプルまたは複数のサンプルを流すことにより、サンプル処理時間を短縮できます。フローセル・アセンブリは、フローセル・プレス・デバイス、メイン・ハウジング、Luer Lockフィッティング（2個）、Luer Lockキャップ（2個）から構成されます。フローセルの外側のハウジングとフィッティングは、316ステンレス鋼で作られており、サンプルと接触する内部ハウジングはPTFEです。どちらも非常に強い化学的抵抗性を備えています（図10を参照）。したがって、ATRの使用を検討している液体サンプルでは、フローセルの使用も可能です。以下に、フローセルの両方の使用手順を示します。

揮発性サンプル

フローセルを使用して揮発性サンプルを測定するには：

1. 36ページの「アクセサリをクリーニングする」と「バックグランド・スペクトルを測定する」の手順に従います。
2. 少量のサンプルを9回反射ダイヤモンドATR表面（周囲の金属ディスクによって定位置に保持されている、透明な円形材料）にロードします。サンプルによってダイヤモンド結晶の表面領域全体が覆われるようにします。ただし、サンプル量が少ないほどクリーニング処理が楽になります。
3. サンプルをATRにロードしたら、直ちにフローセル・ハウジングをATRの上部に置きます。その際、ATRの空洞と、内部ハウジングの下部上にある円形のPTFE突出部を合わせます。

4 フローセル・プレス・デバイスのつまみ付きねじを反時計回りに回して、ハウジングに対するアタッチメント用の空間を設けます。フローセル・プレス・デバイスを5500a FTIRベースプレートとフローセル・ハウジングに接続します。プレスのアームの下部にある2本のフィンガーを5500a FTIRベースプレートのスロットに挿入します。片手で、ねじの先端をハウジングのカウンターボアの中心に合わせます。もう一方の手で、ねじの先端がフローセル・ハウジングにはまるまで、ねじを時計回りにしめます（図11を参照）。さらに、プレス・デバイスを手でしめます（通常、最初にハウジングに取り付けた状態から半回転以上回す必要はありません）。締めすぎに注意してください。プレス・アセンブリを損傷するおそれがあります。

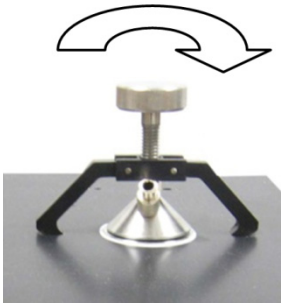


図11：フローセル・プレス・デバイスの固定

これで分析を進める準備が整いました。

注記 液体サンプルまたはペースト・サンプルのみ、9回反射ATRアクセサリと使用してください。

大量サンプル

大量のサンプルを測定するときにフローセルを使用してサンプル処理時間を短縮するには：

1. 36ページの「アクセサリをクリーニングする」と「バックグランド・スペクトルを測定する」の手順に従います。
2. 最初にフローセルを取り付け、Luer Lockシリンジ（ユーザが用意）を使用してサンプルをフローセルにロードする必要があります。フローセルを取り付けるには、フローセル・プレス・デバイスのつまみ付きねじを反時計回りに回して、ハウジングに対するアタッチメント用の空間を設けます。フローセル・プレス・デバイスを5500a FTIRベースプレートとフローセル・ハウジングに接続します。プレスのアームの下部にある2本のフィンガーを5500a FTIRベースプレートのスロットに挿入します。片手で、ねじの先端をハウジングのカウンターボアの中心に合わせます。もう一方の手で、ねじの先端がフローセル・ハウジングにはまるまで、ねじを時計回りにしめます（図11を参照）。プレス・デバイスをさらに手でしめます（通常、半回転以上回す必要はありません）。締めすぎに注意してください。プレス・アセンブリを損傷するおそれがあります。
3. 2本のLuer Lockシリンジを使用してサンプルをフローセルにロードすることをお勧めします（必須ではありません）。1本のシリンジにサンプルを充填します。2本目のシリンジは空にしておき、サンプルをフローセルに吸引して真空吸引状態を作るために使用します。この手順により、フローセルの内部圧が減少し、サンプルが漏れる危険性が低下します。サンプルがダイヤモンド結晶の表面領域全体に行き届くように、十分なサンプルを注入してください。

   これで分析を進める準備が整いました。

注記 液体サンプルまたはペースト・サンプルのみ、9回反射ATRアクセサリと使用してください。

4 サンプル測定を終了したら、シリンジを使用してフローセルに注入した溶媒を使って、直ちにフローセル・アタッチメントからサンプルを除去します。この場合も2本のシリンジを用意して、フローセル内で溶媒を前後に激しく動かすと、クリーニング処理に有効です。

5 フローセルがきれいになったら、ステップ3と4を繰り返してすべてのサンプルの分析を終了します。

複数サンプル

複数のサンプルを測定するときにフローセルを使用してサンプル処理時間を短縮するには：

1 36ページの「アクセサリをクリーニングする」と「バックグランド・スペクトルを測定する」の手順に従います。

2 最初にフローセルを取り付け、低圧ポンピング・システム（ユーザが用意）を使用してサンプルをフローセルにロードする必要があります。フローセルを取り付けるには、フローセル・プレス・デバイスのつまみ付きねじを反時計回りに回して、ハウジングに対するアタッチメント用の空間を設けます。フローセル・プレス・デバイスを5500a FTIRベースプレートとフローセル・ハウジングに接続します。プレスのアームの下部にある2本のフィンガーを5500a FTIRベースプレートのスロットに挿入します。片手で、ねじの先端をハウジングのカウンターボアの中心に合わせます。もう一方の手で、ねじの先端がフローセル・ハウジングにはまるまで、ねじを時計回りにしめます（図11を参照）。プレス・デバイスをさらに手でしめます（通常、半回転以上回す必要はありません）。締めすぎに注意してください。プレス・アセンブリを損傷するおそれがあります。

3 フローセルを取り付けたら、サンプルをフローセルにポンピングできます。蠕動式のポンピング・システムの使用をお勧めします（必須ではありません）。どのシステムを使用する場合でも、適切な操作を行い、フローセルからの漏れを防ぐため、フローセルに10 psiを超える圧力をかけないでください。サンプルがダイヤモンド結晶の表面領域全体に行き届くように、十分なサンプルをポンピングしてください。フローを停止した状態で測定を実行することもお勧めします。サンプルを動的な状態で測定すると、ポンピング処理中に空洞域やその他の異常が発生して測定誤差が生じる可能性があります。

これで分析を進める準備が整いました。

注記 液体サンプルまたはペースト・サンプルのみ、9回反射ATRアクセサリと使用してください。

4 サンプル測定を終了したら、シリンジを使ってフローセルに注入した溶媒を使用するか、溶媒をフローセルに自動的にポンピングすることにより、直ちにフローセル・アタッチメントからサンプルを除去します。この場合もフローセル内で溶媒を前後に激しく動かすと、クリーニング処理に有効です。

5 フローセルがきれいになったら、ステップ3と4を繰り返してすべてのサンプルの分析を終了します。

Agilent 5500a FTIRとガス・セル

ガスを分析する場合、Agilent 5500a FTIR測定器に専用のガス・セル・サンプリング・インタフェースを取り付けることができます。ガス・セルは、操作とメンテナンスを簡単にするために設計されたAgilent独自の製品です。セルにはセレン化亜鉛（ZnSe）光学ウィンドウが装備されています。これを使用すると、ガス・セルやウィンドウに損傷を与えることなく水蒸気を含むガスを分析できます。

Agilentでは、ガス・セル・サンプリング・アクセサリとして、15 cm光路長ガス・セルと50 cm光路長ガス・セルの2種類を用意しています。これらのセルはカスタマによる交換が可能で、一緒に購入することも個別に購入することもできます。詳細は、Agilentにお問い合わせください。

初期設定

5500a FTIRシステムの分光光度計にはガス・セル・アクセサリがすでに取り付けられています。

ガス・サンプルの分析用にガス・セルを準備するには：

1 ガス・セル・ハウジングを取り外し、ガス・セル・サンプリング・インタフェースが汚れていないか確認します。

2 加圧ホースを使用して、サンプリング・インタフェースをクリーニングします（図12を参照）。周辺の領域からすべての破片とほこりを除去します。

図12：サンプル・インタフェースのクリーニング

3 矢印とロック・インジケータを使用してガス・セルを再接続します。ガス・セルを時計回りに回して定位置にはめ込みます（図13を参照）。

図13：ガス・セルの接続

4 パージ・ガス・ホースを1/8 インチのSwagelock注入口フィッティングに通して、ガス・セル注入口（図14のガス・セルの右側）に取り付けます。パージ・ガスまたはサンプル・ガスを注入口コネクタに接続して、ガスがセルの下部から上に向かって流れるようにすることをお勧めします。注入口ガス・ラインを逆さに取り付けないでください。

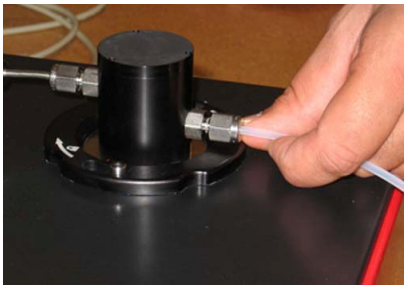


図14：パージ・ガス・ホースのガス・セル注入口への接続

5 セルのパージには、乾燥した空気または窒素ガスを使用します。バックグランド・スペクトルを測定します。これで、ガス・セルを実際のサンプルで使用する準備が整いました。バックグランドを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

バックグランド・スペクトルを取り込むため、適切なバックグランド・リファレンス・ガスを使ってガス・セルをパージすることをお勧めします。

6 ガス・サンプルを分析するには、サンプル供給ラインをガス・セル注入口に接続します。測定中にフローの制御や停止を行うため、注入口と排気出口にバルブ・システムを使用することをお勧めします。バルブ・システムでバックグランド・ガスとサンプル・ガスを切り替えると、ガス・セル注入口にホースを頻繁に接続する必要がありません。ガス注入口と出口の配管は、カスタマの責任になります。

7 サンプル・ガスのガス・セルへのフローを開始したら、直ちに出口排気バルブを開いて、サンプルがセルに流れやすいようにします。十分に時間をとって、ガス・セル・ボリュームがサンプル・ガスで完全に充填されるようにします。

8 サンプル・ガスでセルが充填されたら、ガスの連続フローを停止してからデータ収集測定を開始することをお勧めします（フロー停止モード）。

9 ソフトウェア画面の［**次へ**］ボタンをクリックして、分析を続行します。

10 サンプルを測定するためのソフトウェアの詳細手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

結果の確認とサンプル・データの処理に関するソフトウェアの詳細な手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

MicroLab PCソフトウェアを使用したメソッドの編集とデータの確認に関するその他の手順については、『MicroLabソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

注意

揮発性の高いガス・サンプルを分析している場合は、適切な安全対策をとってください。ガスをガス・セルに安全に送ったり、ガス・セルからガスを排気する作業は、ユーザの責任となります。

注意

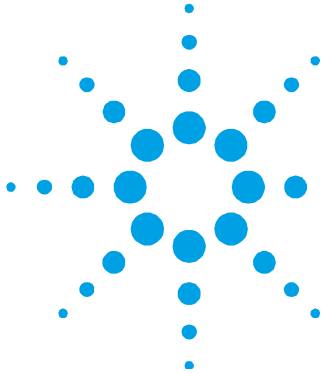
ZnSeは、4～9のpH範囲の材料に対して比較的に化学的耐性がありますが、強酸または強塩基性材料によってZnSeが痛む可能性があります。この推奨pH範囲を外れた材料がZnSeウィンドウに接触しないようにしてください。

警告

危険

5500a FTIRガス・セル・システムは、50 psiの最大圧に耐えるように設計され、製造されています。このレベルを超えるリファレンス・ガス圧またはサンプル・ガス圧をかけないでください。この手順に厳密に従わないと、怪我や機器の損傷を招くおそれがあります。

空白ページ



4. スペア・パーツ

パーツ番号	説明
430 - 0001	Agilent 5500シリーズFTIRの電源
430 - 0018	Agilent 5500シリーズFTIRのUSBケーブル
0020 - 900	界面活性剤キット

サンプリング・アクセサリ、サービス契約、修理、改修サービスについては、Agilentにお問い合わせください。

空白ページ

5. 仕様

EMC 52

- **干渉計形状**：高スループットのマイケルソン干渉計、固定および可動フラット・ミラー付き
- **標準ビームスプリッタ**：セレン化亜鉛
- **最大スペクトル分解能**：4 cm^{-1}
- **レーザー**：低電力半導体
- **光源**：巻き線型素子
- **スペクトル範囲**：4000～650 cm^{-1}
- **検出器**：直径1.3 mm、熱電冷却dTGS
- **電源**：100/120/240 V AC、3 A、50～60 Hz
- **コンピュータ**：外部Dellラップトップ Pentium IV 3 GHzプロセッサ、Microsoft Windows XPオペレーティング・システム
- **動作温度範囲**：－10～50 °C（14～122 °F）

警告

レーザに対する警告

Agilent 5500シリーズFTIRシステムには、操作に必要な低電力半導体レーザーが含まれています。レーザーからレーザー光が放射されており、目を損傷するおそれがあります。レーザー光を直視しないでください。

EMC

EN55011/CISPR11

グループ 1 ISM 機器；グループ 1 には、意図的に生成または使用される伝導結合された無線周波数エネルギーが存在するすべての ISM 機器が含まれます。このエネルギーは機器自体の内部動作に必要です。

クラス A 機器は、家庭用以外の施設、および家庭用の建物に供給を行う低電圧電力供給網に直接接続されている施設での使用に適した機器です。

このデバイスは、業務用放射線装置として CISPR11、Group 1、Class A の要件に適合しています。このため、伝導性および放射性妨害により、他の環境で電磁適合性を保証するのが難しい場合があります。

次の 2 つの条件に従って操作を行う必要があります。

1 このデバイスが害を及ぼす干渉を引き起こさないようにします。

2 このデバイスが、不要な動作を引き起こす可能性のある干渉を含め、受け取った干渉に対応できるようにします。

この機器がラジオまたはテレビ受信に対して害を及ぼす干渉を引き起こす場合（機器をオフにしてからオンにすることで判断できます）、次の対策を1つまたは複数試みてください。

1 ラジオまたはアンテナの位置を変えます。

2 デバイスをラジオやテレビから遠ざけます。

3 デバイスを別の電気コンセントに差し込み、デバイスとラジオやテレビが異なる電気回路上に存在するようにします。

4 周辺機器もすべて認証されていることを確認します。

5 デバイスと周辺機器の接続に適切なケーブルが使用されていることを確認します。

6 機器ディーラー、Agilent Technologies、経験豊かなエンジニアにサポートを依頼します。

7 Agilent Technologiesによって明示的に承認されていない変更や修正により、機器に対するユーザの操作権限が無効になる可能性があります。